個日本国特群庁(JP)

特開唱63-178101 (2)

昭63-178101 回作作出图公路 @公開特許公報(A)

砂公開 昭和63年(1988)7月22日 6779-4C 6779-4C A-6779-4C 客五前水 末請水 発明の数 1 (全9頁) 斤内数阻都号 C 08 B 33/02 31/04 37/08 . ID 14(8)

多幅のアルキル関換フェールカルパメート駱車体 の発明の名称

#

砂昭61(1986)3月20日砂日本(JP)砂特朗 昭61-62828 題 昭62(1987)3月20日 **B** 四先位主張

兵庫県尼崎市民庫之荘東1丁目24-11 砂昭62(1987)3月4日砂日本(JP)砂特朗 昭62-49144 大阪府池田市旭丘3~4~11 田田 野 5

ダイセル化学工業株式 찺 ≺ 튭

H (c)

(4)

印

升阻十

40代 明 人

大阪府堺市鉄砲町1番地

セルローストリスフェニルカルパメートを国 (従来の技術)

虎伯とする彼体クロマトグラフィー用先は灯が 扱れた光学分割能力を有することは既に知られ ている (風木、白田の, ジャーナル・メグ・ア メリカン・ケミカル・ソサエティー, 106 巻,

多位のアルチル四位フェールカルパメート

#

7

1、 犯更の名称

5357 R. (1984)) .

たぶかれる相が調査された事故(向り、セルロ

- ス先録() のアルキル関係フェニルカルパメ

大型はの80×7月100×か下記一面式 (二)

2. 特许建设の司田

(問題点を解決するための手段)

本処里者らは、セルロース以外の多額のケル パメート語母体についても奴徴の穴の結果、も ルロースを強く多数のアルキル関抗フェールか ルパメート誘導体が登場に製造さき、扱れた不 な哲型語をなすることも見出し、本兜型を完成

即ち、本処既は木数類の80%乃至100%が下 記一覧式(1)で示される様で調査された多数 (国し、セルロースを除く) のアルキル国内フ トングケンパノート記録年に戻るものである。 するに到った。

も一つは奴骸は一乃四8のアンチルねでもる。)

本発列は微粒材料として、極めて作用なが以

(復長上の利用分野)

3. 免別の詳細な提明

な日の年である多粒のアルキル製物フェニルン

アンノートはお弁に置する。

(氏中、11~11年米保区中もしくは反称数一万 虫ョのアルチル苗であり、そのうちの少なくと

(1)

111

トサン、キナン、ター1.4 ーケンナン、ター1.4 れる。他に好ましいものは高純質の多数も存れ にほることのできるアミロース、月-1.4 -4 これら多粒の数平均質合質 (一分子中に合ま は5以上、好ましくは10以上であり、特に上限 本発明の多様のカルパノート院単体をなすカ 対応する多数の有する会本関格のうち80%乃当 仮しているものにある、残り20%乃近 0 %は一 はないが 500以下であることが収扱いの印刷さ 100 又がなどグミルムケ組れひファン語の作形 あにな火針にも6が一切有の側弦板にするいと - キシセン・イメリン、カードシン等わわる。 れるピラノース収いはフラノース限の平均数) アパモノが独は下記の一覧式(ロ)で示され、 において好ましい。 ソフィラン等)、ロー1.3 ーグルカン、B-1.2 152) . 8-1.6 - 8222 (12252) . も一つは政権致し乃刑8のアルキル権である。) B−1,3 −グルカン(例えば、カードラン、シ **ラクタン、ター1.4 ーコンナン、α−1.6 ー**∓ 協及び天然物数点を協のいずれかを問わず、先 しくは結合様式の規則性の高いものである。例 - グルカン (Crona Gall多益) 、 ター1.4 ーガ 示すればロー1.1 ーグルカン (アミロース、ア (式中、Bi~Biは水解原子もつへは政権数1万 気8のアルキル箱であり、そのうちの少なくと 本题明における多葉とは、合成多額、天然多 単倍性であればいかなるものでも良いが、好ま まロスクチン)、ロー1.6 ーグルカン (デキス ンナン、B-1.2 -フラクタン (イヌリン) 、 8-2,6-75097 (DAV), 8-1,4-

一般式(ロ)の8,~8.以水素原子もしくは炭 であり、フミロースを合有する配別なども企業

ナン! 、 ブルラン、アガロース、アルギン数等

キンラン、ター1.3 ーキシラン、ター1.4 ーキ トチン、BI1.4 INIナセチルチトサン(4 **書数1乃至8のアルキル器、好ましくは水粘原** つは炭素数1乃至8のアルキル着であり、好食 子もしくはメチル組で、ものうち少なくとも一 しくはメチル指われる。

ンを生ずる反応をそのまま適用できる。例えば、 適当な協議中で三額アミン等のルイス階級、女 たは協化合物等のルイス数を発掘として、対応 より得ることができる。また、イソシアナート の合成は、例えば、対応するアニリン語導体の フミノ路にホスゲンを作用させることによりや 本発売に係るカルパメート配等体の合成には 選作のアルコールさインシアナートからウフタ するインシアナートと多様を反応させることに 即に詰ることができる。

して、化合物やその光学異性体を分離する目的 休クロマトグラフィー、調用クロマトグラフィ に使用するには、ガスクロマトグラフィー、液 木兜児の多額カルパメート記導体を分類所と - などのクロマトグラフィー街を用いるのが一

して複体クロマトグラフィー技に応用するには、 的体としてカラムに充壌する方法が一般的であ ることが呼ましく、粒子は多孔質であることが 向上のために指多数カルパノート誘導体を担体 り、もの方法としては筋砕丁るかピーズ状にナ 俗裁理技による影響、収拾の防止、眼路吸数の 木乳型の多位カルバメート収集体を分離的と より好ましい。更に分離剤の耐圧能力の向上、

ヨー300 Aである。日体は多孔質であることが 好ましく、もの平均礼法は10 A ~100 aでもり なされるなが配かたパメート院母体の単に近休 粉体として用いる場合の粒子の大きさおよび 団体の大きさは使用するカラムの大きさによっ て異なるが、しゅうしゅであり、好ましくは1 **紆ましくは、50人~50000 人である。 風体に阻** になして I ~100 紅脚な、ff まつくは 2 ~20粒 に紅頂させることが好ましい。

指の語かルスメート記録体を回体に回答させ 無ならめる。

数的であるが、この物類分類を行うこともでき

BEST AVAILABLE COPY

孙阳昭63-178101 (3)

に、彼が望かルバメート説明体との気和性も良 くしたり、担体自身の表面の特性を改置するた めに処理を辿したものを用いても良い。実関処 種の方法としては有機シラン化合物によるシラ ン化処理やプラズマ型台による数因処理方法等 ** 8 6 · される方法や、弦が配かアバメート記録を作り 治性の特別には解させ、資体と良く既合した後 数学なった。メート記録をに対し不認識の認恵 **8月の方位としては、数字型かたパメート記載** 宋永可拾拾の宿所に降城の4、田保と良く高台 り、真用食たは行道下、女政により俗類を習択 に分表させることによって可容数容赦を贷款さ 6.方法は化学的方法でも別理的方法でもよい。

なでもも、多れ何女を四年として過ぎなものは、 代質能能回体からり、手表しくに多れ質能感因 用いる阻体としては多孔気有機退体変たは多 ボリスチアン、ボリアクリルアスド、ボリアク リフート等からなる権力子智能が挙げられる。 が七位首位四谷として遊型なものは、シッか、

アプモナ、マグネシア、ガカス、カメコン、数 **ホナケン、ケム収益ながわめて、これのの収**図

トゲシフィーを行う場合の限別浴供としては結 **参加セルバメート記録学を容解またはこれと反** 万するものを散いて特に何的はない。 ほ多ねか ルパメート誘導体を化学的方法で担体に結合し たり、気器により不熔化した場合にはこれと反 液体クロマトグラフィーあるいは関語クロマ

> せてしまうが怯もめる。この様にして母られた 少産産は、智慧、協会の政治、現存などの追加

な処理を行うことによって、その分類能を改善

することも可能である。

一方、時間クロマトグラフィーを行う場合に は、0.1 声~0.1 m間間の粒子からなる粒分類 所と、必要であれば少難の結合だより収も厚さ 0.1 ==~100 ==の層を支持假上に形成すれば点

のナるものを除いて特に契約はない。

又、限分類を行う場合には中空余あるいはフ 1ルムとして用いる,

(地位の位置)

立るして指めて女巫な鬼気であり、勢に争結穴 田間であった光学展在守の少額、即ち光学少数 大名野の伊藤かシバノート記録をは、自然な 40分の分替に有効であり、よりわけ以来分替が 田光袋屋として女座なものである。

本格型はこれら実施会に国気されるものではな 以下、本智的布質指的によって詳語するが、

(美計級)

な、対害党中で集される田路の応遽に次の当 9786.

(F > F > 1 L)

より替べの者される対象体の容器力が関係の より聞く母音される対学体の容置比 (より他へ及他かれる対対はよより図へ) s × (収拾される対象等の図と)から図の配着) 四カークのパンド路の会計 分間(E(8)) -

1. 新姓氏

アミロース (分子量約16,000)1.0gを真空中 てきローストリス (1.5 - ジメチルフェニルカ ルバタート)の合成

しな聞のも、これをガタスフィルケーに繋がた。 **精緻した袋、乳酪アッジン20=1本甘人図本した。** これにインシアン数~3.5 ~ジメチルフェッル 1.0*1 老加夫、由需與我中100 ℃で22時間加熱 解作した、その後、反応他先メダノール中に移 降られたてもローストリス(1.5-ジメチルフェ ドラカンメメート) は2.465 g (収468.4光)

得られた生成物の元素分析協を以下に示す。

6.93 6.10 6.17 6.18 英間値(1): 65.20 # 1 1 (1) : 65.66

ル (1.メルク社型リクロスファー\$14000, 10m) -ジメチルフェニルカルパメート) モシリカゲ 実施的1で得られたアミローストリス (3.5

孙阳昭63-178101 (4)

に回答かせ、ステンフス観の概念\$2cm、内涵0.46

nのカラムに充掛し、数~1に示す各種のラセ

17年 日本	· + · /*	١.٠	¥	E.
*** おおおおおお ないこう はいい はい	\ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \	3.14 (+)	12.1	2.01
アスレス以外の名称であっただ。()、「「「「」」、「」、「」、「」、「」、「」、「」、「」、「」、「」、「」、「」	トランスースチルベンオキシド 0.42 (4)	0.42 (+)	3.40	7.88
10、10年には、11、11、11、11、11、11、11、11、11、11、11、11、11	2.2' - ジヒドロキシー 8.6' - ジメテルピフェニル	2.46 (-)	2.11	6.38
出するエナンチボレーの保証や銀比を、また()内はその技术性を示し、タロ分類を設め、このはよの技术性を示し、タロ分類体験を、これの関係をできませましましましましましましましましましましましましましましま	СОМПРЬ	3.25 (+)	2.01	3.59
	PhsC-CH-Off Ph	1.65 (1)	1.98	5.48
	2.2.2 - トリフルオロー! - (9-アンスリル) エタノール 1.30 (+)	1.30 (+)	1.15	0.75
	トレガー動物	0.53 (+)	1.58	2.30

性)・1: Pはフェニル番を示す。

女话女子

ュールカルパメート説解体を辞れ、ピリジン町 アミロースの代わりに取的を用いた以外は実 福宝一と四番にして、質数の3.8 ージメチルフ

治師の収率は14%で、残りは不熔性の物質であ 等っただかケバメート配路存にしてれ行肝室

を第1間、その cuci. cP,c8.0g(9:1) 可 又、母られた生成物の赤外諸吸収スペクトル 译的日本外部数数人グトル七年2四八次十。 仍班女 2

1 と間様に各種のうもえ化合物の光学分割を行

ったところ、阿様に良好な結果が得られた。

文字をい

キトサントリス (3,5 - ジメテルフェニルカル

パノート)の合成

キトサン0,801 g、アリジン50m1、インシア ン数~3.5 ~ジメチルフェニル5.5 =1毛、重素

実施安さで等られた生成物は、過れ四様に使 フラン、ジメチルアセトアミドなど)に対し得 解しない。このため、篩ったた牛仮敷のCNC1st CF,CH,OH (9:1) 7/18/000.625 8 1/1/100 T 用している염袋(クロロホルム、チトラヒドロ に旨能したアンジン15mlに苗部し、シンセアル (3ーアミノトリエトキシシラン処理, 1.1ルク 比似リクロスファー\$1-1000)2.60mに担待させ

気线下で加熱温波器搾し、43.5時間反応させた。

竹踏的もガラスフィルターで祭わ、メタノール

で気がし、40でで5時間高圧的乗し、生成的

ナスての反応治後をメタノール中に注ぎ入れ、

に示す各種のうせる化合物の光学分割を行った 内部0.16mのカナスに光珠し、路路板としてへ 道語 0.5el/ein、道底25での条件下で、乗ー2 キサンノ2ープロパノール (90/10) を用い、 このようにして仰撃した充壌剤を長さ25㎝、

ところ、乗ー2に示すような良好な結果が得ら

得られた生成的 (CHCis: CPsCHs0n (9:1)

可溶酶)の元素分析植を以下に示す。

(キトサントリス (3.5 ージメチルフェニルカ

ルパメート))3.418 日本部た。

- 7 -

3. 9.30

89.9

英胡(((()): 68.70 11年年(1) : 68.77

6.35

L	Ţ			_l		_] #	
	:				-	1.10	0.74
~	;	1~	- 1	1.07	1.37	1.33	1.17
1	. 1.1	0.22(+)	0.30(+)	1.73(-)	0.56(+)	0.90(-)	1.31(-)
*	9 to 1 th *!	1	OCTION	(C) - 13 - 15 - (C)	1r-CH-011 Ph	CONRPA	13 18

気-2の抗き	=	0.75		0.81
I W	۵.,	1.11	I ~	1.15
	1.1	0.65(-)	4.90(+)	1.49(-)
	5 t t th**	هرباً ا	Co (acac) ,	10 - 13 - Ct

1r :トリチル値 [(Pb),C-) を示す。 .) ol Ph :フェニル報を示す。

*2 1/1, 47. 四以数一1之間に意味を示す。 scac : アセチルアセトン組を示す。

アミローストリス (4-19か2スニルカルバ 文字的

. 10

0.53(.)

47274-15.07g (38.1emol), E92240 7 8 0 - 20.800 & (4.93mmol), p-1 10 4 10 *1を100 でで24時間対抗関係した後、400 *1の ノタノールに投入した。住じた抗殺をガラスプ 1万ターではお、1タノールで気やし、60でで 3 時間減圧位置低値し、アミローストリス(4 - ノナルフェニルカルパメート) を得た。

每心九代生成他の元素分配組合以下に示す。 収量8.38 g (85.9 光) であった。

計算量(X): 64.18

デキストラントリス (3.5 ージメチルフェニル カルバノート)の合成 チキストラン1.00 g (8.17mmol)、N.N ージメ ナルアセトアをド30ml、塩化リナウム1.5 aを

100 もで30分配智慧関称のデキストカン条道器 した。さらに、3.5 -ジメチルフェニルインジ アネート8.63 g (58.7mmol)、ピリジン2.0 mlを 加え、100 でで27時間加熱関体した後、1.5 4 のメタノールに投入した。生じた比較をガラス フェルターで載め、メタノール、ピリジンで洗 作し、40℃で2時間銭圧団盗戍盛し、デキスト ラントリス (3.5 ージメチルフェニルカルバノ -1) 有様な。

译与九九生成物の元素分析组合以下に示す。 収載2.49 g (66.6 光) であった。

6.78 6.70 6.17 6.18 81-3E (E) 1 65.68 美国国(1): 64.55 50 班 多 3

7.39

9.46 3.56

美國權(I) : 62.79

4000, 10m) 老3-フォノブロビルトリエトキ ツツシンに処国したものに、政権出したほられ たてもローストリス (1-メチルフェニルカル パメート)を担待させ、ステンレス粒の長さ25

シリカゲル (B.メルク社製リクロスファーSI

特開昭63-178101 (6)

•2:ロは分組係数、()内はその旋光性 性)el:Phはフェニル苗を示す。

吸収スペクトル、新ま図はもの CNC1s:CP,CUsON (9:1) 可溶密の赤水温吸収ムクトルである。 第1回は実施例3で得られた生成物の赤外線 4. 図版の信仰ない。

トリス (3.5 ージメチルフェニルカルバメート) 又、四谷に食品扱るで呼られたデキストラン 帝国はさせたものをカラムに充壌した(これを

cm, 内容0.(6cmのカラムに光路した にれモカ

5412F6).

1.26 (+)

l

1.38 (1) 1.54

トランスースチルベンオキシド 2.2. - Ot FO + V - 8.6. - O 1 + V F F F F V - 4 - V

トフガー紅印

1.57 (+)

1.57 (:)

P) C- CB-00

#

す各個のラセミ化合物の光学分割を行ったところ、

妻-3に示すような良好な結果が得られた。

ンノミーブロバノール (90/10) モ用い、投道 0.5ml/mla、過度25℃の条件下で、表-3に示

これらのカラムにより、溶解板としてへキサ

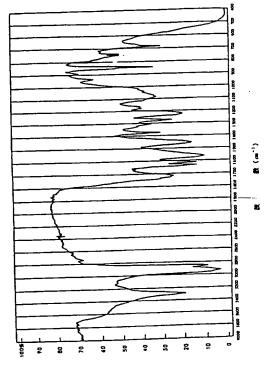
カラム2とする)。

出版人代理人 古

1.35 🚓

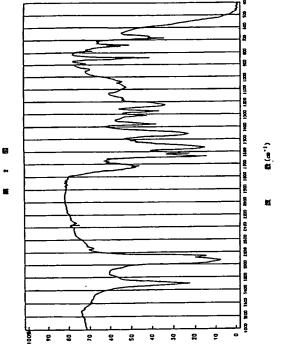
1.4

CONUPL



-5-

-9-



图和62年6月6日 平的(11) (11)

多数のアルキル製物フェニルカルパメート () KKKK 6 2 - 6 5 9 8 9 号 2. 税明の名称 1. 年件の股形

下的100 七七26時間加熱媒体した。反応治 新に インツアネートが存在していることを

領域した後、反応協議を200 点のメケノー 8中に投入し、生じた褐色は最もガラスフ

キシランをアプディルデン性機器にて一 明仮義 墓したもの1.00m(6.40mmol) バル リジン50点、3.5 ージメチルフェールイン シアネート3.3 耳(22mool)を行人、登代

1

ルバメート)の合成

キシランピス (3.5 - ロメチルフェニルカ

1 東海田 6

(290)ぎょセル化学工業権式会社 なな出題人 母はとの関係 3. 始正をする者 11 B 11

東京都中央図日本編集山町1の3中井ビル 野猫番の発乳の詳細な数別の位 40 ∓ H 华 (68€9) 4. R H A 5. 福讯の知識

シケーター中で補圧軌準後、50℃で6時間 等 6 九九生成 10 0 0 元素分析信令以下に示 1ワターに揺む、メタノーひに花布し、ゲ Q ■2.68 g (98.2%) であった。 其田白道戦争した。

9.14 **计算值(1): 64.57** 東西((1): 63.95

(1) 別報書20頁3行及び4行間に次の記載を

6. 補訊の内容

6.57

- ジメチルフェニルカルバメート) 0.675g を12点のクロロホルムに沿岸し、3ープミ ノブロビルトリエトキシンランで処理した 214000, 10μm)2.10mに4回に分けて回降 ラフィン (2/1) に分散させ、スタリー 法により長さ25cm、内径0.46cmのカラムに このカラムにより、容易欲としてへキサ 数一1に示す各種のうも3化合物の光学分 町を行ったところ、表ー4に示すような粒 10) で粒形が難した後、ヘキサン/微動が 彼遠0.5 4/als.、遺成25℃の条件下で、 シリカゲル (E.メルク社員リクロスファー した。 ヘキサン/2-ブロバノール (90/ ソノ2ーブロバノール (90/10) を用い、 試着室 6 か詳っれたチッサンガス(3.5 先輩し、光学分割用カラムとした。

CONSLP 86.1 CONTE 00 1 CB -1.72(+) TZ.S 62.1 1.46(+) 17.1 CB — 08 i CP s 2,36(-) 1.42 17.44 1.65 5'84(-) 18.0 50.1 1.15 (+)61-1 1.40 11.0 .. *8 ..# ..'.1

81

-1-

表-10核6	: =	ı	ı	2.20(+)
•	۵		1.02	2.57
	: ·	1.33	1.97	09'1
	5 to 18 (\$0.0		E C C C C C C C C C C C C C C C C C C C	(0(100) 0)

注) •1 fb,fr,sescit数—2.4瓦刀的称条件扩。 •2 b', a', lai就一1.4瓦刀的软件帐扩。 」

1 **6** 1

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

M BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
□ OTHER.

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.